

日本學術振興會第19小委員會，鐵鋼迅速分析方法

鐵及び鋼中のニッケル定量方法（第2法）

（昭和26年2月6日決定）

1. 要 旨

試料を過鹽素酸及び硝酸で分解しクエン酸，飽和臭素水及びデメチルグリオキシム溶液を加えた後アンモニア水にてアルカリ性とし，發色した赤色を比色定量する。

2. 操 作

試料 0.5g を 300cc 圓錐フラスコに秤取し過鹽素酸 (60~70%) 約 10cc 及び硝酸 (比重 1.42) 約 3cc を加えて加熱分解し引續き加熱して 1~2 分間過鹽素酸白煙を發生させる。暫時放置して冷却後水約 50cc を加え，振盪して鐵鹽等を溶解して 250cc メスフラスコに移し水で標線迄稀釋し振盪する。ピペットを用いて，その 20cc を 300cc 圓錐フラスコに分取しこれにクエン酸溶液 (10%) 20cc 及び飽和臭素水 10cc を加えた後デメチルグリオキシム溶液 3cc を加え更にアンモニア水 (比重 0.9) 10cc 及び冷水 20cc を加えて振盪した後標準鋼を同様に操作して發色させた標準液とデュボスク比色計を用いて比色定量する。

備 考

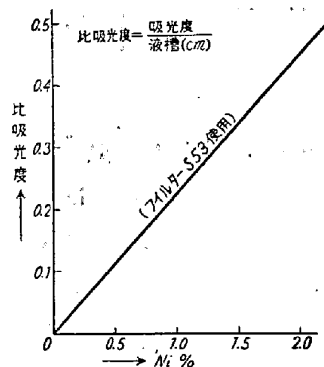
1. 本法はニッケル含有量 3% 以下の場合に適當である。
2. ニッケル含有量 1% 以下の場合には 250cc に稀釋した試料中から 20cc を分取し飽和臭素水 10cc 及びデメチルグリオキシム溶液 3cc を加え，次にアンモニア水 (30%) 10cc 及び水 20cc を加えて振盪する。生成した水酸化鐵を乾燥濾紙を用いて濾過し，その濾液を比色する。
3. 標準液は試料溶液と同一操作條件で調製し，また標準鋼はなるべくニッケル含有量が試料と近似のものを使用する。
4. 比色操作は發色後 20 分間以内に終了することを要する。
5. 試料中の銅含有量は次表の範圍内ならば本定量に支障を及ぼさない。
6. コバルトを含有する試料には本法は適用出来ない。
7. 比色に際してはプルフリツヒ光度計，光電光度計も使用し得る。
8. デメチルグリオキシム溶液の調製：デメチルグリオキシム約 1g を苛性ソーダ溶液 (1%) 約 100cc に溶解する。
9. 本分析操作の所要時間は大略次表の如くである。

ニッケル含有量 (%)	銅含有量 (%)
1 以下	3 以下
1 ~ 3	5 以下

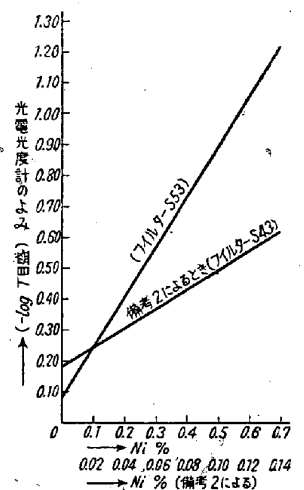
分析操作	所要時間 (分)
試料秤量	1
分解，酸化	3
稀釋，分液	2 ~ 3
試藥添加，發色	1 ~ 2
比	2
計	9 ~ 11

文 献

- 19委—2004 木村委員，新扶桑金屬工業株式會社（廣瀨，西山）
- 19委—2083 小林委員，日本製鋼所
- 19委—2084 伊丹委員，神戸製鋼所（石橋，梶本）
- 19委—2085 渡邊委員，日本特殊鋼株式會社
- 19委—2139 南波委員，日立製作所（佐藤，古渡）
- 19委—2140 小平委員，八幡製鐵株式會社（神森，向江，脇）
- 19委—2141 木村委員，新扶桑金屬工業株式會社
- 19委—2238 後藤委員，東北大學金屬材料研究所
- 19委—2352 南波委員，日立製作所（佐藤，古渡）



附圖 I ニッケル檢量曲線例 (プルフリツヒ光度計)



附圖 II ニッケル檢量曲線例 (光電光度計)

(名大工學部 平野四藏氏寄稿)